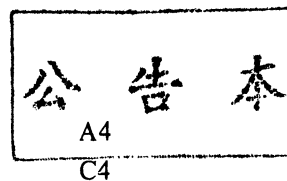


申請日期	88-3-2
案 號	88104950
類 別	C08L 83/00



(以上各欄由本局填註)

567212

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 名稱	中 文	圻工物質用之貯存安定性斥水性組合物
	英 文	STORAGE-STABLE WATER-REPELLENT COMPOSITION FOR MASONRY MATERIALS
二、發明 創作人	姓 名	1. 安 畢 2. 唐娜德 泰羅 李雷 3. 法蘭西斯克 齊拉度 帕蘭尼亞 魏海明
	國 籍	1-2均美國；3. 墨西哥
三、申請人	住、居所	1. 美國密西根州密蘭市雅芳街3001號 2. 美國密西根州密蘭市威克飛爾路1205號 3. 美國密西根州密蘭市度維大道6018號
	姓 名 (名稱)	美商道康寧公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國密西根州密蘭市
	代 表 人 姓 名	羅勃 L. 麥克勒

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權

美國 1998年03月30日 09/050,389 ☒有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明一般係有關用於圬工物質之貯存安定性斥水性組合物。該申請專利權之組合物包括一種相當不溶水之可水解矽烷和一種含氫官能基之聚矽氧烷，以水性乳化液形式存在。

使用斥水性組合物來保護圬工物質的好處眾所周知的。在本文中所提及之所謂"圬工"，是指任何多孔性之無機底材，特別是建築材料，包括建築陶瓷，如普通磚塊，人行道磚塊、面磚、下水道用磚塊、排水道用磚塊、空心磚、陶土、大水管、屋頂磁磚、水泥和塑膠，如波特蘭水泥，鍛燒石膏產品，鑄模和建築灰泥、灰泥、氧化鎂水泥、絕緣產品，如電絕緣體和天然或人造石。因該類產品在未經處理前呈多孔性，所以這些物質很容易吸收空氣中的水氣，若又在冷凍溫度下曝露，會產生裂縫，因而裂開和散裂。使用在鋪路和橋樑上之圬工物資，也以斥水性之塗層來保護該物質免於鹽或類似防凍劑之破壞效應。

美國修訂專利第33,759號案說明一種水性乳化液組合物，可為圬工物質提供斥水性。該申請專利權之組合物基本上由可水解之矽烷，或其寡聚物，一種疏水性親脂性平衡數(HLB)在4~15間之乳化劑和水所組成。當我們製備該組合物時，發現該組合具有有限儲放安定性之缺點，受熱時更會減弱其安定性。

美國專利第5,110,684同樣說明圬工用斥水性組合物，該組合物包括水溶性矽烷偶合劑和一種含氫官能基之聚矽氧烷乳化液之混合物。然而，該混合物也具有有限儲放安

五、發明說明(2)

定性之缺點。

因此，需要一種可使用在圬工產品之可穩定貯存之斥水性組合物。

我們的發明是一種可為圬工物質提供斥水性的迅速有效之組合物。它可方便地塗佈在圬工物質底材表面上，或作為添加劑混合加入可塑之圬工材質上，如加在成形前之水泥或鍛燒石膏上。

本申請專利權之斥水性組合物包括一種同時具有連續水相和非連續有機矽酮相之水性乳化液。我們的水性乳化液是由下列成份調配：(A)水不溶性烷氧基矽烷，其平均通式是 $R_n-Si-R'_{(4-n)}$ ，其中 n 是1~2， R 是 $C_5 \sim C_{20}$ 單價烴基， R' 是 $C_1 \sim C_4$ 烷氧基；(B)含氫官能基之聚矽氧烷，其每分子具有至少二個與矽酮鍵結之氫原子及至少5個矽氧烷基單元，其在 $25^\circ C$ 時，具 $0.5 \times 10^{-6} \sim 1000 \times 10^{-6}$ 米²/秒之動態黏度；(C)乳化劑；(D)水。該不連續有機矽酮相由成份(A)和(B)形成，該連續水相由水形成。有機矽酮相中(A)與(B)成份之比例使得我們的乳化液在室溫中存放6個月或 $50^\circ C$ 中6星期時仍同時具有物理性與化學性安定性。該水性乳化液中所含之有機矽酮相佔10~75重量%。

本文在我們的斥水性乳化液組合物所採用之"安定"一詞包含兩種意義：1)物理安定性，2)化學安定性。

我們申請專利權的斥水性乳化液組合物是水包油型，且當該乳化液破裂時會呈現物理不安定性。造成該非連續有機矽酮相之懸浮液滴(也意指油相或分散相)會聚集，並可從

五、發明說明(3)

連續水相中之懸浮液有效地排除。兩相間密度的差異造成兩層液體。因此，具物理安定性之乳化液必需保持一段時間的均勻外觀。

乳化液可維持物理安定性而非化學安定性。當塗佈在圬工表面上之組合物排除濕氣之能力受到嚴重破壞時，即明顯地隨時間出現化學不安定性或受熱時出現之化學不安定性。一般相信，在初步施用到圬工物質上之前，若該乳化液之有機矽酮相發生大量的水解和縮合(或部分固化)，則造成化學不安定性。

測量化學和物理安定性時，可簡單地由觀察某一種斥水性乳化液外觀和其性能在室溫下隨貯存時間之函數變化。然而這種老化測試很容易用加熱來加速測驗過程。熟悉該種技藝之人士咸了解，該斥水性乳化液於50°C下一個星期相當於室溫下一個月。因此本文採用之"物理安定性"意指貯存在室溫下6個月或50°C下6星期之後，該乳化液並未破裂。同樣的，"化學安定性"在此意指貯存在室溫下6個月或50°C下6星期後，由修正之國家合作高速路研究計劃協定244(NCHRP 244)中所訂定的標準測定，該乳化液至少具有60%斥水性("%WE")。我們修訂之NCHRP 244與原NCHRP 244，除了排水測試是在一邊是2英吋(5.08公分)一邊是4英吋(10.16公分)之灰漿塊上執行外，其餘的都相同。

本發明之組合物當施用至圬工物質上時，呈一種樹脂狀塗層，形成優良的斥水阻隔層。然後由圬工物質之殘餘鹼

五、發明說明(4)

性催化該組合物固化。我們的發明具有驚人的良好熱安定性和貯存安定性。一般認為這些安定性質歸功於該水性乳化液之非連續有機矽酮相中含有水不溶性烷氧基矽烷和含氫官能基之聚矽氧烷所致。

本發明一個目的係提供一種呈乳化液形式之斥水性組合物，用在圬工物質上時，同時具有物理和化學安定性。

本發明另一項目的，係提供一種能使圬工物質排斥力至少和以前之同類組合物一樣好之組合物。

本發明有利地提供一種具物理和化學安定性之組合物，可為圬工物質提供斥水性。該組合物包括：(A)水不溶性烷氧基矽烷；(B)含氫官能基之聚矽氧烷；(C)乳化劑；(D)水。該組合物是呈水性乳化液形式，包括連續水相和非連續有機矽酮相。當該組合物與圬工物質接觸時，該水不溶性烷氧基矽烷和含氫官能基之聚矽氧烷彼此之間及與圬工上之羥基進行水解並縮合，因此產生一種樹脂狀斥水性交織結構，該水解和縮合反應則受該圬工物質之潛在鹼性催化。

成份(A)是平均通式 $R_n-Si-R'_{(4-n)}$ 之水不溶性烷氧基矽烷，其中n是1~2，R是 $C_5\sim C_{20}$ 單價烴基，R'是 $C_1\sim C_4$ 烷氧基。

成份(A)中，"水不溶性"意指溶於100 g水中之矽烷低於1克。這是本發明與先前技藝組合物之重要區別。一般相信，使用水溶性矽烷偶合劑是造成美國專利5,110,684之組合物之有限儲放壽命之因素。因為當水溶性矽烷偶合劑曝露在水中時，會發生快速水解和縮合。我們所使用水不溶

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (5)

性烷氧基矽烷意外地使矽烷納入我們的水性乳化液之不連續有機矽酮相中。這可避免該矽烷與圬工物質直接接觸前，該烷氧基矽烷發生水解與縮合之現象。

成份(A)之通式中，R是 $C_5 \sim C_{20}$ 單價烴基。若使用含低碳數之可水解矽烷時，該矽烷容易溶於水。然而，即使 $C_5 \sim C_{20}$ 範圍的烴基，如果含有某特別之官能基如胺基時，還是會使得我們的烷氧基矽烷溶於水。因此R可不被取代或被不同官能基取代，但至今只使用那些不會造成該烷氧基矽烷可溶於水之官能基。

因為要使得我們的固化組合物具疏水性，所以上述通式中的R基團亦在該組合物之斥水性上扮演著重要角色。通常，R基中的含碳量愈高，則最終固化之塗層的疏水性愈大。儘管如此，具有 C_{20} R基團之烷氧基矽烷通常仍可達到市面上商品之最高上限。我們驚奇地發現R為正辛基較佳，因為它會形成非常穩定的乳化液，且具有良好的疏水性。然而應注意，R可以是直鏈或支鏈烷基、芳基或是芳烷基。

R'限制在 $C_1 \sim C_4$ 烷氧基，因為烷氧基中太高的含碳量較不具反應性。n值是1~2間的數值，以1最佳。三烷氧基矽烷因為可以形成三度空間的樹脂網所以較佳。然而咸了解，也可使用二烷氧基矽烷，及與三烷氧基矽烷之混合物。相關技藝專家咸了解，亦可使用前述烷氧基矽烷之寡聚水解物。

最適合成份(A)使用的化合物是正辛基三乙氧基矽烷。本發明的成份(B)是每分子有至少二個與矽鍵結之氫原子、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(6)

每分子至少有五個矽氧烷單元且在 25°C 時有 $0.5 \times 10^{-6} \sim 1000 \times 10^{-6}$ 米²/秒，最好是 $10 \times 10^{-6} \sim 100 \times 10^{-6}$ 米²/秒動態黏度之含氫官能基之聚矽氧烷。成份(B)可以是一種直鏈、分支鏈或環狀之矽氧烷或其任何組合，且除了與矽鍵結的氫外，它還可有烷基、芳基及芳烷基等。因此適合的化合物(要有要求之聚合反應度而可保持在我們指定的黏度範圍內)包括烷甲基/甲基氫矽氧烷共聚物和甲基氫矽氧烷類。

假如成份(B) 25°C 時之動態黏度小於 0.5×10^{-6} 米²/秒，則太容易揮發，以致於不能有效地在本專利組合物中發揮功能。換言之，該含氫官能基之矽氧烷會在塗佈圬工物質表面上發生水解和縮合形成樹脂母質之前就揮發了。假如成份(B) 25°C 的黏度大於 1000×10^{-6} 米²/秒，那我們的塗佈組合物就不能有效地滲進圬工物質之多孔表面。最有效之孔徑穿透性最好用一種三甲基矽氧烷，其具有三個甲基氫矽氧基和5個二甲基矽氧基之具三甲基矽氧基末端之二甲基/甲基氫直鏈之矽氧烷共聚物。成份(B)之另一種廉價取代物是末端為三甲基矽氧基之含有60個甲基氫矽氧基之甲基氫直鏈矽氧烷。

本發明之成份(C)是一種乳化劑。離子性、非離子性和兩性乳化劑均可與非離子性聚氧乙烯月桂醚一起用在本發明之組合物中。一般來說，乳化劑的用量佔成份(A)、成份(B)和(D)總重量之1%以下到20%。當然，其用量視該特定界面活性劑之效率而定。典型地，乳化劑(C)之用量佔其餘

五、發明說明(7)

成份的1-3重量百分比之間。有效之乳化劑為HLB數在2~20間之乳化劑。較佳的，HLB數在4~17間之乳化劑會產生更穩定之乳化液。相關技藝專家們咸了解亦可使用不同乳化劑之混合物。

成份(D)是水，但以去離子水或蒸餾水為佳。

當混合成份(A)~(D)時；先混合該矽酮成份(A)和(B)較佳，然後依任何順序添加成份(C)和(D)，也就是乳化劑和水，並混合。事實上，當含氫官能基之聚矽氧烷成份(B)為相當低分子量時(如末端為三甲基矽氧基之含有三個甲基氫矽氧基和五個二甲基矽氧基之二甲基/甲基氫直鏈矽氧烷共聚物)，必須首先與不溶於水之烷氧矽烷成份(A)混合，然後再與乳化劑(C)、水(D)混合。否則就不能產生本發明之乳化液組合物。較佳者，由成份(C)與成份(D)另外混合，然後再將兩組混合物(A和B，C和D)放入同一容器中，混合30分鐘，最後所得混合物流經均質器(7500 psi或 5.17×10^7 帕壓力下)一次，或於音波振盪器中(1400 psi， 9.65×10^6 帕)中處理二次，以形成本發明之乳化液。

當成份(B)是相當高分子量之含氫官能基之聚矽氧烷時(如末端為三甲基矽氧基之含有60個甲基氫矽氧基且黏度為 30×10^{-6} 米²/秒之甲基氫直鏈矽氧烷)，所有成份(A)~(D)可直接加入容器中並混合，可利用振盪法加強乳化過程並使用均質器或由混合物接受超音波能量處理。

該非連續有機矽酮相占該水性乳化液10~75重量%，但以佔40~60重量%較佳。

五、發明說明(8)

成份(A)與(B)的比率使得該乳化液在室溫中貯存6個月或50°C下6星期時，仍同時具有物理和化學貯存安定性。

當成份(B)之分子量相當低時(如末端為三甲基矽氧基之含有3個甲基氫矽氧基和5個二甲基矽氧基之二甲基/甲基氫直鏈矽氧烷共聚物)，成份(A)對成份(B)的重量比為10:90到90:10較佳。當成份(B)之分子量相當高時(如末端為三甲基矽氧基之含有60個甲基氫矽氧基之甲基氫直鏈矽氧烷)，成份(A)對成份(B)的重量比為1:3較佳。

然而，一般相信，成份(A)與(B)的重量比若大於90:10時，所形成之乳化液同時具有物理及化學安定性，特別是該乳化液的酸鹼度維持在4~5時。維持在此範圍之酸鹼度會抑制成份(A)和(B)在該有機矽酮相中水解和縮合。此點很容易由添加弱酸，如冰醋酸到我們的乳化液中做到。

本項發明之不同特徵與優點在以下舉例說明。如實例1-5和比較例1-3中，因該乳化液造成的排水百分率("%WE")可由我們修正之國家合作高速路研究計劃244協定(NCHRP 244)測得，使用根據ASTMC 109方法所製備之5.08×5.08×5.08公分立方第三類灰泥所鑄成的石塊測量。滲透深度之測定法係敲破一個經過處理的磚塊，並將龜裂破碎表面浸入1%濃度的Sulfanazo 111染料。滲透深度相當於破碎表面上所測得未染色的深度。

實例1:

在此，取0.8克聚氧乙烯(4)月桂醚(HLB=9.7，Brij®30，由ICI美國公司，威明頓，德拉瓦州)，1.1克之72%聚氧

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(9)

乙烯(23)月桂醚水溶液(HLB=16.9, Brij[®]35, ICI美國公司)及58.3克去離子水混合15分鐘。添加36克末端為三甲基矽氧基且含有其末端三個甲基氫矽氧基和五個二甲基矽氧基, 且其動態黏度為 10×10^{-6} 米²/秒之二甲基/甲基氫直鏈矽氧烷共聚物與4克正辛基三乙氧基矽烷混合5分鐘。再混合30分鐘, 將所得混合物通過均質器處理一次, 其壓力為7500 psi或 5.17×10^7 帕。結果產生平均粒徑為400 nm之水包油型乳化液。

新鮮乳化液之%WE(排水百分比)為84。該新鮮乳化液可滲入磚塊深度3.5厘米。再將該乳化液儲存在50°C下老化6星期。該老化乳化液仍未破裂, 且%WE為80.7。

實例2:

接著, 取0.8克聚氧乙烯(4)月桂醚(HLB=9.7, Brij[®]30), 1.1克72%聚氧乙烯(23)月桂醚水溶液(HLB=16.9, Brij[®]35)和58.3克之去離子水混合15分鐘。添加20克末端為三甲基矽氧基之含有三個甲基氫矽氧基和五個二甲基矽氧基之二甲基/甲基氫直鏈矽氧烷共聚物(其動態黏度 10×10^{-6} 米²/秒), 及20克正辛基三乙氧基矽烷混合5分鐘, 並合併, 持續攪拌30分鐘, 所得混合物通過均質器處理一次(7500 psi或 5.17×10^7 帕), 產生平均粒徑400 nm大小之水包油型乳化液。

新鮮乳化液之%WE是80.5, 且該乳化液滲入磚塊達6厘米深。新鮮乳化液貯存在50°C下老化6星期。該老化之乳化液不會破裂, 且%WE為80.8。

五、發明說明(10)

實例3:

依實例1完全相同方法製備乳化液組合物，但聚氧乙烯(4)月桂醚之用量降為0.6克(原0.8克)。

新鮮乳化液之%WE為83.4，該乳化液滲入磚塊的深度達4.5厘米。之後由該新鮮乳化液貯存在50°C下老化6週。該老化之乳化液不會破裂，且%WE為83.6。該老化之乳化液可滲入磚塊5厘米深。

實例4:

取1.45克72%聚氧乙烯(23)月桂醚(HLB=16.9, Brij® 35)水溶液和58.3克去離子水一起混合15分鐘。添加20克末端為三甲基矽氧基之含有三個甲基氫矽氧基和五個二甲基矽氧基，且其動態黏度 10×10^{-6} 米²/秒之二甲基/甲基氫直鏈矽氧烷共聚物及20克正辛基三乙氧基矽烷混合5分鐘，並合併。再混合30分鐘後，所得混合液通過均質器一次(7500 psi，或 5.17×10^7 帕)。產生平均粒徑400 nm大小之水包油型乳化液。

新鮮乳化液之%WE是89，該乳化液滲入磚塊的深度達3.5厘米。該新鮮乳化液貯存在50°C下老化6週。該老化之乳化液不會破裂，且%WE為77.5。

實例5:

接著，取0.8克聚氧乙烯(4)月桂醚(HLB=9.7, Brij® 30)，1.1克72%聚氧乙烯(23)月桂醚水溶液(HLB=16.9, Brij® 35)和58.3克之去離子水混合15分鐘。添加4克末端為三甲基矽氧基之含有三個甲基氫矽氧基和五

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明(11)

個二甲基矽氧基，且其動態黏度 10×10^{-6} 米²/秒之二甲基/甲基氫直鏈矽氧烷共聚物與36克正辛基三乙氧基矽烷混合5分鐘，並合併。持續攪拌30分鐘，所得混合物通過均質器一次(7500 psi, 或 5.17×10^7 帕)，產生平均粒徑400 nm大小之水包油型乳化液。

新鮮乳化液之%WE是84.5，且該乳化液滲入磚塊達6.3厘米深。新鮮乳化液貯存在50°C下老化6星期。該老化之乳化液不會破裂，且%WE為82.8。

比較例1:

之後取0.8克聚氧乙烯(4)月桂醚(HLB=9.7, Brij[®]30)，1.1克72%聚氧乙烯(23)月桂醚水溶液(HLB=16.9, Brij[®]35)和58.3克之去離子水混合15分鐘。添加40克正辛基三乙氧基矽烷，再持續混合30分鐘。所得混合物通過均質器一次(7500 psi或 5.17×10^7 帕)。

新鮮乳化液之%WE是78.2，且該乳化液滲入磚塊達5厘米深。新鮮乳化液隨後貯存在50°C下老化6星期。該老化之乳化液不會破裂，但%WE只有28.5。因此，本調配物中缺乏任何含氫官能基之聚矽氧烷會產生化學不安定之組合物。

比較例2:

接著，取0.8克聚氧乙烯(4)月桂醚(HLB=9.7, Brij[®]30)，1.1克72%聚氧乙烯(23)月桂醚水溶液(HLB=16.9, Brij[®]35)和58.3克之去離子水混合15分鐘。加入40克丙基三甲氧矽烷，然後持續混合30分鐘。所得混合物通過均質器一次(7500 psi或 5.17×10^7 帕)，產生平均粒徑400

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(12)

nm大小之水性乳化液。

新鮮乳化液之%WE是50，且該乳化液滲入磚塊達1厘米深。該新鮮乳化液未進行老化處理。因此調配物中若無含氫官能基之聚矽氧烷和使用丙基三甲氧矽烷(一種烷氧基矽烷，不同於成份(A)中所定義之難溶於水之烷氧基矽烷)，不會得到一種具可接受斥水性之組合物。

比較例3:

接著，取0.6克聚氧乙烯(4)月桂醚(HLB=9.7 Brij[®] 30)，1.1克72%聚氧乙烯(23)月桂醚水溶液(HLB=16.9, Brij[®] 35)和58.3克之去離子水混合15分鐘。然後添加20克正辛基三乙氧基矽烷並混合30分鐘。再添加20克末端為三甲基矽氧基之含有其末端三個甲基氫矽氧基和五個二甲基矽氧基，且其動態黏度 10×10^{-6} 米²/秒之被二甲基/甲基氫直鏈矽氧烷共聚物，再持續攪拌30分鐘。最後，將所得混合物通過均質器一次(7500 psi或 5.17×10^7 帕)，產生平均粒徑400 nm大小之水性乳化液。

新鮮乳化液之%WE是80.8，且該乳化液滲入磚塊達5.5厘米深。新鮮乳化液貯存在50°C下老化6星期。該老化之乳化液不會破裂，且%WE為30.2。該老化乳化液滲入深度可達1厘米。這些結果應與實例2比較。由此可見，當我們的成份(B)中使用低分子量含氫官能基之聚矽氧烷時，必須在添加(C)和(D)之前，先混合成份(A)與(B)。如果沒有按照這樣的順序混合，會產生一種缺乏化學穩定性之組合物。

實例6:

五、發明說明 (13)

於容器中合併157.5克末端為三甲基矽氧基之含有60個甲基氫矽氧基且動態黏度 30×10^{-6} 米²/秒之甲基氫直鏈矽氧烷，52.5克之正辛基三乙氧矽烷，4.2克聚氧乙烯(4)月桂醚(HLB=9.7, Brij[®] 30)，19.5克28%之聚氧乙烯(23)月桂醚水溶液(HLB=16.9, Brij[®] 35)和116.3克去離子水。容器內容物振盪數分鐘，並分成每份40克分裝在罐子中。將超音波探針的尖端放入罐子容器中間，並伸入液面下3/8英吋(1公分)。該探針以設定40-55%之能量操作(該超音波探針最大可以475瓦之能量操作)，將該混合液以此操作條件操作30秒。經探針啟動數秒後就產生一種具牛奶狀白色外觀並保持此外觀，表示已形成乳化液。將該探針由罐中移出，蓋上蓋子，振盪混合物10~15秒，然後以冷流水冷卻離子和其內容物1分鐘。再將探針如前述一般放入罐中並啟動30秒。再蓋上蓋子振盪，然後如前述方法再度冷卻。同樣步驟重複幾次，直到每罐接受超音波探針處理時間共2.5分鐘止。將各個罐子中之溶液倒在一起形成單一組合物。該組合物由60重量%水性水包油型乳化液組成，其中油相由75重量%聚甲基氫矽氧烷及25重量%正辛基三乙氧矽烷組成。該正辛基三乙氧矽烷(A)對含氫官能基之聚矽氧烷(B)之重量比是25:75。該非連續有機矽酮相之平均粒子大小是435 nm。

將250克所得乳化液在水槽內加5公斤水稀釋。使得有機矽酮含量佔3重量%。取一片已知重量之合板(由瓜地馬拉杜羅利塔公司(Duralita Co.)所製造，包含固化之水泥和賽

五、發明說明(14)

璐璐纖維，320×120×8厘米)浸入該槽中12秒。將該板子從槽中拿起並立著2分鐘，使表面之水流走再秤重。浸泡前後重量之差異可用來計算被板子吸收之稀釋有機矽酮乳化液量，其佔該板子乾重之5.9重量%。

將該板子乾燥7天再秤重。之後將乾燥板子浸入水浴中深20英吋(50.8公分)2小時，拿起、拍乾、再秤重，測定吸水重量%，為1.9%。

再以第二塊板子重複此操作，所吸收之有機矽酮乳化液量是5.7重量%。經過第一次處理後水吸收量為1.8重量%。

最後該乳化液貯存在室溫下，一年內定期地檢視。結果發現在此期間內仍具有物理安定性(亦即仍未破裂)。

實例7:

製備類似實例6之乳化液，其係先由33.4克聚氧乙烯(23)月桂醚溶液(Brij[®]35，水中活性72%)和547.0克熱自來水(60°C)在一個2夸特(1.9升)容器中混合30分鐘，形成溶液。然後添加225克之正辛基三乙氧基矽烷、675克末端為三甲基矽氧基；其末端且含有三個甲基氫矽氧基和五個二甲基矽氧基，且其動態黏度 10×10^{-6} 米²/秒之二甲基/甲基氫直鏈矽氧烷共聚物，18克聚氧乙烯(4)月桂醚(Brij[®]30)和1.6克之冰醋酸。罐中之內容物攪拌1小時以形成分散液。該分散液再打入一個有進出口兩端、附有超音波喇叭之不鏽鋼筒中接受超音波處理。自該超音波處理器送出之混合液化呈乳白色液體外觀，再倒入另外一個罐容器中。當整個分散液都經過超音波處理後，再度通過超音波機，作第

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (15)

二次超音波處理。該組合物係由60%活性水性乳化液組成，其中非連續有機矽酮相(活性相)由75重量%末端為三甲基矽氧基之甲基直鏈矽氧烷及25重量%正辛基三乙氧基矽烷組成。該乳化液之有機矽酮相之平均粒徑大小為563 nm(採用NIACOMP[®] 370次微米粒徑器之光散射法)其中99%之粒徑大小小於1420 nm。該乳化液中亦包含佔活性成份0.18%之乙酸。

依實例6之相同方法處理並測試二塊水泥板。被板子吸收之有機矽酮乳化液之重量百分比分別為6.3和6.4重量%。吸水量佔2.4和2.5重量%。

最後該乳化液儲放在室溫下並在一年內定期檢視。該乳化液在此期間內仍未破裂。因此如果使用較大分子量之含氫官能基之聚矽氧烷類作為成份(B)時，不一定需要先混合我們的有機矽酮成份(A)與(B)。

比較例4：

依類似方法，製備實例6之乳化液，但只含正辛基三乙氧基矽烷而不含含氫官能基之聚矽氧烷。然後添加13.4克之聚氧乙烯(23)月桂醚溶液(Brij[®] 35L，水中活性72%)和218.0克熱自來水(60℃)在一個2夸特(1.9升)容器中混合30分鐘形成溶液。然後添加360克之正辛基三乙氧基矽烷、7.2克之聚氧乙烯(4)月桂醚(Brij[®] 30)和0.7克冰醋酸。罐中之內容物攪拌1小時以形成分散液，該分散液再打入一個有進出口兩端、附有超音波喇叭之不鏽鋼筒中做超音波處理。自該超音波處理器送出之液體呈乳白色液體外觀，

五、發明說明(16)

收集在另外一罐容器中。當所有分散液都經過超音波處理後，再通過超音波裝置一次，做第二次超音波處理。該組合物係由60%之活性水性乳化液組成。其不連續有機矽酮相(活性相)完全由正辛基三乙氧基矽烷組成。該乳化液之平均粒徑大小為514 nm(採用NIACOMP® 370次微米粒徑器之光散射法測定)其中99%之粒徑大小小於1447 nm。該乳化液亦含有佔活性成份0.2%之醋酸。

依實例6中之方法處理並測試二塊水泥板。被板子吸收之有機矽酮乳化液之重量分別為6.1和6.2%，吸水量佔2.9和4.8重量%。

最後該乳化液儲放在室溫下並在定期檢視。該乳化液只一星期後即破裂。因此在調配物中不含具氫官能基之聚矽氧烷所製成之乳化液不具物理穩定性。

由前述實例1至7可清楚地看見，根據本發明製造之水性乳化液即使經過稀釋仍能展現出其優越的斥水性。此外，當實例1至5中加熱老化之乳化液之%WE與比較例1至4中之結果比較時，或由實例6與7之老化結果與比較例5之結果比較時，我們的乳化液清楚地顯現優越的物理和化學安定性。

熟悉此項技藝之專家咸了解本發明之新穎組合物可用於塗佈圬工物質表面並使組合物固化，使其表面塗佈一層固化斥水性塗層。同理，本發明的組合物可與可塑性圬工物組合物(如：灰泥或石膏)一起混合，也可使該塑性組合物具有斥水性質。

四、中文發明摘要(發明之名稱: 圬工物質用之貯存安定性斥水性組合物)

本發明係揭示適合為圬工物質提供斥水性之貯存安定性組合物，該組合物包括一種具有連續水相和非連續有機矽酮相之水性乳化液，該水性乳化液係由下列成份組成：

(A) 水不溶性烷氧基矽烷，其平均通式為 $R_n-Si-R'_{(4-n)}$ ，其中 n 係 1-2 之數字， R 是 C_5-C_{20} 之單價烴基， R' 是 C_1-C_4 烷氧基；(B) 含氫官能基之聚矽氧烷，其每分子中係具至少二個與矽酮鍵結之氫原子及至少 5 個矽氧烷基單元，其在 $25^\circ C$ 時，具 $0.5 \times 10^{-6} \sim 1000 \times 10^{-6}$ 米²/秒之動態黏度；(C) 乳化劑；(D) 水。該不連續有機矽酮相係由成份(A)和(B)形成，而連續水相則由水形成。有機矽酮相中成份(A)與(B)之重量比例係為可使該乳化液在室溫下存放 6 個月、或於 $50^\circ C$ 中存放 6 星期後，可同時維持物理性與化學性安定性者。

英文發明摘要(發明之名稱: STORAGE-STABLE WATER-REPELLENT COMPOSITION FOR MASONRY MATERIALS)

A storage-stable composition is disclosed which is adapted for imparting water-repellent properties to masonry materials. Said composition comprises an aqueous emulsion which has a continuous aqueous phase and a discontinuous organosilicon phase. The emulsion is formulated from components comprising: (A) a water-insoluble alkoxysilane of the average general formula $R_n-Si-R'_{(4-n)}$ wherein n is a number from 1 to 2, R is a $C_5 - C_{20}$ monovalent hydrocarbon radical and R' is a $C_1 - C_4$ alkoxy group; (B) a hydrogen-functional polysiloxane having at least two silicon-bonded hydrogen atoms per molecule, at least five siloxy units per molecule and a kinematic viscosity between 0.5×10^{-6} and $1,000 \times 10^{-6}$ m²/sec at $25^\circ C$.; (C) an emulsifier; and (D)

四、中文發明摘要 (發明之名稱: 圬工物質用之貯存安定性排斥水性組合物)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

英文發明摘要 (發明之名稱: STORAGE-STABLE WATER-REPELLENT EMULSION)
FOR MASONRY MATERIALS

water. The discontinuous organosilicon phase comprises components (A) and (B) and the continuous aqueous phase is water. Components (A) and (B) are present in the organosilicon phase in a weight ratio of (A):(B) such that said emulsion is physically and chemically stable after storage for six months at room temperature, or for six weeks at 50°C.

六、申請專利範圍

公 告 本

1. 一種貯存安定性之組合物，其包含一種水性乳化液，其由連續水相和不連續有機矽酮相組成，該乳化液可由下列組份所構成：

(A) 水不溶性烷氧基矽烷，其平均通式為 $R_n-Si-R'_{(4-n)}$ ，其中 n 係 1-2 之數字， R 是 C_5-C_{20} 之單價烴基， R' 是 C_1-C_4 烷氧基；

(B) 含氫官能基之聚矽氧烷，其每分子中係具至少二個與矽酮鍵結之氫原子及至少 5 個矽氧烷基單元，其在 $25^\circ C$ 時，具 $0.5 \times 10^{-6} \sim 1000 \times 10^{-6}$ 米²/秒之動態黏度；

(C) 乳化劑；

(D) 水；

該不連續有機矽酮相係由成份(A)和(B)形成，而連續水相則由水形成；

有機矽酮相中成份(A)與(B)之重量比例係為可使該乳化液在室溫下存放 6 個月、或於 $50^\circ C$ 中存放 6 星期後，可同時維持物理性與化學性安定性者；

該有機矽酮相係佔該水性乳化液 10 到 75 重量%。

2. 一種製備由水性乳化液所組成之貯存安定性組合物之方法，其中該水性乳化液係包括連續水相和不連續有機矽酮相，該方法係由下列步驟所構成：

(I) 摻合下列成份：

(A) 水不溶性烷基矽烷，其通式為 $R_n-Si-R'_{(4-n)}$ ，其中 n 是 1~2， R 係 $C_5 \sim C_{20}$ 之單價烴基， R' 係 $-C_1 \sim C_4$

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

烷氧基；

(B)含氫官能基之聚矽氧烷，其中每分子中係具有至少二個與矽酮鍵結之氫原子及至少5個矽氧烷基單元，其在25℃下，係具 $0.5 \times 10^6 \sim 1000 \times 10^6$ 米²/秒之動態黏度；

(II)將步驟(I)中所得之摻合物與下列成份摻合：

(C)乳化劑；及

(D)水，然後

(III):將步驟(II)中所得之組合物乳化，形成該乳化液，其中該乳化液係包括不連續之有機矽酮相成份(A)、(B)，而和該連續水相係包含成份(D)水；

成份(A)、(B)在該有機矽酮相中之重量比(A):(B)可使該乳化液於室溫下儲存6個月後、或在50℃下貯存6週後，仍然可維持物理性和化學性安定性；該有機矽酮相係佔該水性乳化液10到75重量%。

3. 一種包含圬工底材之製造物件，該底材具有至少一個表面，其係經根據申請專利範圍第1至2項之貯存安定性之組合物塗佈。
4. 一種於圬工底材上塗佈經固化斥水塗層之方法，該底材係具有至少一個表面，該方法包含以根據申請專利範圍第1或2項之水性乳化液塗佈該表面。
5. 一種使可塑性圬工組合物具有斥水性之方法，該方法之含摻合該可塑性圬工組合物與根據申請專利範圍第1或2項之水性乳化液。